

JP4100534A

Publication Title:

NON-AQUEOUS EMULSIFIED COMPOSITION

Abstract:

Abstract of JP 4100534

(A) Translate this text PURPOSE: To obtain an F/O type non-aqueous emulsified composition excellent in spreadability and stability with the elapse of time and enhanced in the lasting properties of effect by compounding a fluoropolymer having a perfluoroalkyl group and an alkyl group in its molecule, a liquid org. perfluoro-compound and an oily base material. CONSTITUTION: A fluoropolymer having a perfluoroalkyl group and an alkyl group in its molecule, a liquid org. perfluoro-compound and an oily base material are compounded to prepare a non-aqueous emulsified composition showing an org. perfluoro-compound in oil type dispersion state. The fluoropolymer has a perfluoroalkyl group and an alkyl group in its molecule. The org. perfluoro-compound is liquid at room temp. and, for example, perfluoroalkane or perfluoropolyether is designated.; As the oily base material, oils and fats, wax, alcohol, higher fatty acid or silicone oil are designated.

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

⑤Int. Cl. ⁵

B 01 J 13/00
A 61 K 7/00

B 01 F 3/08
17/52

識別記号

A 6345-4G
N 9051-4C
J 9051-4C
C 9051-4C
A 7224-4G
6345-4G

庁内整理番号

⑬公開 平成4年(1992)4月2

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑥発明の名称 非水乳化組成物

⑪特 願 平2-214176

⑫出 願 平2(1990)8月13日

⑬発 明 者 鳥 塚 誠 東京都板橋区熊野町39-6

⑭出 願 人 花 王 株 式 会 社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

⑮代 理 人 弁理士 有賀 三幸 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

非水乳化組成物

2. 特許請求の範囲

1. (A), (B) 及び (C)

(A) 分子中にパーフルオロアルキル基とアルキル基を有するフッ素系高分子

(B) 液状のパーフルオロ有機化合物

(C) 油性基剤

を含有し、油中パーフルオロ有機化合物型の分散状態を呈する非水乳化組成物。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、パーフルオロ有機化合物相／油相型（以下「F/O型」という）の分散状態を呈する非水乳化組成物に関する。

〔従来の技術及び発明が解決しようとする課題〕

従来、乳化物は油相の中に水の滴が分散している油中水型乳化物及び水相の中に油の滴が分散し

乳化物は化粧料、医薬品、農薬、日用品等としてその目的に応じて、乳液状、クリーム状、固形状などの形態で広く用いられている。

これらのうち、化粧料の分野において利用されている乳化物については、従来、水中油型乳化型化粧料は延びが軽くさっぱりした使用感を有するが汗・水による化粧崩れを発生しやすく化粧持続性に劣り、また油中水型乳化型化粧料は汗・水による化粧崩れには強いが、皮脂による化粧崩れを生じ易く化粧持続性に劣り、更に延びが重くべたつき使用感がよくなかった。また、化粧料のうち油性化粧料も油中水型乳化型化粧料と同様に汗・水による化粧崩れには強いが、皮脂による化粧崩れを生じ易く化粧持続性に劣り、更に延びが重くべたつくという欠点を有していた。このため、シリコン油を用いた化粧持続性の良い化粧料の開発が行なわれている（特開昭61-40204号、特開昭61-65809号等）。

しかしながら、従来の乳化型化粧料又は油性化

てしまうという欠点があった。このため、化粧塗布膜が汗・水に強く更に皮脂に混和しない高持続性の化粧料の開発が熱望されている。

また、化粧料以外の産業分野で用いられている乳化組成物についても、乳化物が塗布した後の塗布膜の水や油に対する耐久性は必要であり、持続性の高いものが望まれている。

このように、使用時ののびが良く、化粧やその他の効果の持続性が高く、保存安定性の優れた乳化組成物の開発が望まれていた。

〔課題を解決するための手段〕

かかる実情において、本発明者は鋭意研究を行った結果、特定のフッ素系高分子を用い、液状のパーフルオロ有機化合物と油性基剤を乳化することにより、延展性及び経時安定性に優れ、しかも効果の持続性が高いF/O型非水乳化組成物が得られることを見出し、本発明を完成した。

すなわち、本発明は、(A)、(B)及び(C)

(A) 分子中にパーフルオロアルキル基とアル

(B) 液状のパーフルオロ有機化合物

(C) 油性基剤

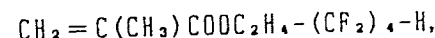
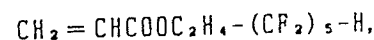
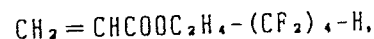
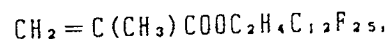
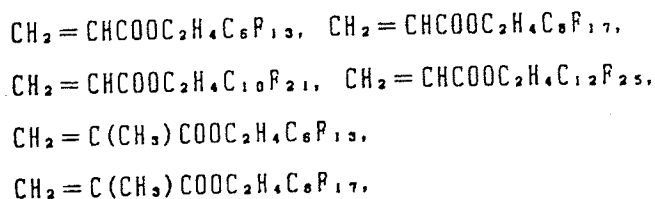
を含有し、油中パーフルオロ有機化合物型の乳化状態を呈する非水乳化組成物を提供するものである。

本発明に用いられる(A)成分のフッ素系高分子は、分子中にパーフルオロアルキル基とアルキル基とを有するものであり、分子量500~2,000、特に5,000~500,000のものが好ましい。またフッ素系高分子中に存在するアルキル基中の炭素原子数(以下、「 N_F 」という)と、パーフルオロアルキル基中の炭素原子数(以下、「 N_P 」という)の関係は、 $1 \leq N_F / N_P \leq 30$ を満たすものが好ましい。これらのフッ素系高分子としては、例えば特開昭55-9619号、同55-2950号、同55-45756号、同58-118882号、同58-118号、同58-59277号、特開昭61-73712号、同61-289009号公報等に記載されたポリマーを用いることができ、就中、特開昭61-289009号公報

載された方法で得られる長鎖アルキル(メタ)アクリレートとフッ化アルキル基を結合している

(メタ)アクリレートとの共重合体が好ましい。

かかる共重合体としては、例えば炭素数16~22のアルキル基を有する(メタ)アクリレートと、炭素数4以上のパーフルオロアルキル基又はポリフルオロアルキル基を有する(メタ)アクリレートの共重合体が挙げられる。炭素数16~22のアルキル基を有するアルキル(メタ)アクリレートとしては、例えばセチルアルコール、ステアシルアルコール、ベヘニルアルコール等のアルコールと(メタ)アクリル酸とのエステルが挙げられ、また、パーフルオロアルキル基又はポリフルオロアルキル基を有する(メタ)アクリレートとしては、例えば以下の化合物が挙げられる。



これらの長鎖アルキル(メタ)アクリレートフッ化アルキル基を結合している(メタ)アクリレートとの共重合比は、10:1~1:5(重量特に7:1~1:1が好ましい。また、この共重合体の分子量は、耐摩擦性、ベタツキ感などから1,000~2,000,000、特に10,000~500,000が好ましい。

また、サーフロンSC-101、SC-105、S-38及びS-382(以上、旭硝子製)等の市販品を用いることもできる。

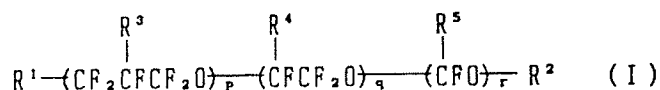
これらのフッ素系高分子は、乳化物の種類、的等に応じて1種又は2種以上を組合わせて用いることができ、全組成中に0.1~40重量%(以下単に「%」で示す)、特に1.0~30%配合する

、その効果が大きい。

％を超えると、油相の粘度が高くなり使用性を著しく損ねるので好ましくない。

(B) 成分のパーフルオロ有機化合物は、常温で液状のものであり、例えばパーフルオロアルカン、パーフルオロポリエーテルなどが挙げられる。

これらのうち、特に次の一般式 (I)



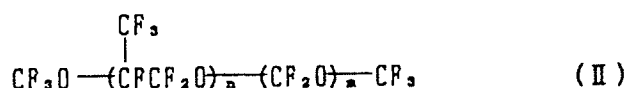
〔式中、 R^1 、 R^3 、 R^4 及び R^5 は同一でも異なってもよく、それぞれフッ素原子、パーフルオロアルキル基又はパーフルオロアルキルオキシ基を、 R^2 はフッ素原子又はパーフルオロアルキル基を、 p 、 q 及び r は分子量が500～100,000となる0以上の数を示す。ただし、 $p=q=r=0$ となることはない。〕

で表わされるパーフルオロポリエーテルが好ましい。なお、ここでカッコ内に示される各パーフルオロ基はこの順で並んでいる必要はなく、またランダム重合でもブロック重合でもかまわない。か

て用いることができ、全組成中に10～95%、特に20～90%配合するのが好ましい。

(C) 成分の油性基剤としては、通常用いられる産業用油性物質であれば特に制限されず、例えば油脂、ロウ、炭化水素、エステル油、高級アルコール、高級脂肪酸、シリコンオイル等が挙げられる。油脂としては、例えばヒマシ油、オリーブ油、アボガド油、パーム油、カカオ油等；ロウとしては、例えば木ロウ、ラノリン、ミツロウ、カルナウバロウ、キャンドリラロウ等；また炭化水素としては例えばベトロラタム、流動パラフィン、固形パラフィン、セレシン、マイクロクリスタリンワックス、スクワラン等；エステル油としては、例えばステアリン酸ブチルエステル、ミリスチン酸オクチルドデシルエステル、ミリスチン酸イソプロピルエステル、ラノリン脂肪酸イソプロピルエステル、ステアリン酸ブチルエステル、ラノリン酸ヘキシルエステル、オレイン酸オレイルエステル、アジピン酸ジイソプロピルエステル、セバ

度が5～5,000cStの液体状のものが好ましく、例えば次の一般式 (II)



(式中、 m 及び n は分子量が500～10,000となる数を示し、 n/m は0.2～2である。)

で表わされるFOMBLIN HC-04 (平均分子量1,500) 同HC-25 (同3,200)及び同HC-R (同6,600) (以上モンテフロス社製) や、次の一般式 (III)



(式中、 l は4～500の数を示す。)

で表わされるデムナムS-20 (重量平均分子量25,000)、同S-65 (同4,500)、同S-100 (同5,600) 及び同S-200 (同8,400) (以上ダイキン工業社製) などの市販品を使用することができる。

これらパーフルオロ有機化合物は、乳化物の種類、目的等に応じて1種又は2種以上を組合わせ

ルとしては、例えばステアリルアルコール、オレイルアルコール等；高級脂肪酸としては、例えばラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ベヘニン酸、ラノリン脂肪酸等；シリコンオイルとしては、例えばジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルシクロポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン等が挙げられる。

これら油性基剤は、1種又は2種以上を組合わせて用いることができ、全組成中に0.5～80%、特に10～80%配合するのが好ましい。

本発明の非水乳化組成物には、前記必須成分のほか、通常用いられる成分、例えば、顔料、染料、界面活性剤、酸化防止剤、香料、色素、アルコール、多価アルコール、防汚剤、紫外線吸収剤、保湿剤、水等を適宜配合することができる。なお、顔料としては、有機顔料、無機顔料、色素等不溶性のものを使用することができるが、これらの顔料を微粒子にしたものを用いてもよく、二種以上

に金属石鹼処理、シリコン処理、ジアルキル磷酸処理、パーフルオロカーボン基含有化合物による処理、アミノ酸処理、レシチン処理、コラーゲン処理等をほどこしたものをを用いてもよい。

本発明の非水乳化組成物は、通常の乳化組成物と同様の方法に従って製造することができ、例えば乳液、クリーム、ファンデーション、頬紅、アイシャドー、リップクリーム、口紅等の化粧料をはじめ、医薬品、農薬、日用品などとして適用することができる。

〔作用及び効果〕

本発明において、非水乳化組成物に含まれる液状のパーフルオロ有機化合物は従来の油剤と比較すると、自然界に存在する油や人から分泌される汗及び皮脂と混和することが無いため、例えば化粧料の場合では化粧塗布膜の経時による流出がない。このため、本発明の非水乳化組成物は効果の持続性が高く、従来の乳化組成物と比べ著しく向上したものである。また、フッ素系高分子を用い

とができ、経時安定性にも優れ、さらに使用時のびも良好なものである。

〔実施例〕

次に、実施例を挙げ、本発明を更に詳細に説明するが、本発明は、これら実施例に限定されるのではない。

実施例1 クリーム状ファンデーション：

第1表に示す組成のクリーム状ファンデーションを製造し、乳化安定性及び使用感について評した。結果を第2表に示す。

（製法）

80℃に加温して均一に溶解した成分Aに成分を加えてディスパーで均一に分散させ、続けてモミキサーで攪拌しながら80℃に加温した成分を滴下して乳化し、成分Dを加える。乳化物を交換機にて終温30℃まで冷却し、クリーム状ファンデーションを得た。

（評価方法）

乳化安定性：

製造直後及び1ヶ月保存後の乳化状態を、以下の基準で評価した。

○：分離・凝集なし

△：分離・凝集わずかにあり

×：分離・凝集あり

使用感：

専門パネル10名により官能評価を行ない、経時ののび及び化粧もちについて、以下の基準で評価した。

○：10名中7名以上が良好と回答した

△：10名中4～6名が良好と回答した

×：10名中3名以下が良好と回答した

第1表

(%)

配 合 成 分	本発明品	比較品1	比較品2
成分A スクワラン	14.0	14.0	14.0
オクタメチルシクロ テトラシロキサン	残量	残量	残量
フッ素系高分子(*1)	5.0	—	—
ソルビタンモノステ アレート	—	5.0	5.0
成分B パーフルオロポリエ ーテル(*2)	41.0	—	41.0
精 製 水	—	41.0	—
成分C 黒酸化鉄	0.22	0.22	0.22
黄酸化鉄	1.43	1.43	1.43
赤酸化鉄	0.74	0.74	0.74
酸化チタン	9.26	9.26	9.26
ジアルキル磷酸処理 セリサイト	11.43	11.43	11.43
成分D 香 料	微量	微量	微量

*1：ステアリルメタクリレートとパーフルオロアルキルメタク

リレートとの重量比3/2で平均分子量90,000の共重合体。

尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとしては、

$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_6\text{F}_{11}$ を用いた。

以下余白

第 2 表

評価項目 試料	乳化安定性		使用感	
	直後	1ヶ月後	のび	化粧もち
本発明品 1	○	○	○	○
比較品 1	○	△	△	×
比較品 2	△	×	×	△

第 2 表から明らかなように、本発明のクリーム状ファンデーションは、経時安定性に優れ、使用時ののびが良く、しかも化粧もちに優れたものであった。

実施例 2 リップクリーム：

(成 分) (%)

成分 A	スクワラン	12.0
	ワセリン	6.5
	オクタメチルシクロ テトラシロキサン	12.0
	フッ素系高分子 (*1)	9.4
成分 B	パーフルオロポリ エーテル (*2)	60.0
成分 C	香 料	適量

484

成分 B	パーフルオロポリ エーテル (*2)	60.0
------	-----------------------	------

成分 C	香 料	適量
------	-----	----

*1：ステアリルメタクリレートとパーフルオロアルキルメタクリレートとの重量比 3/2 で平均分子量 90,000 の共重合体。尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとしては、 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_8\text{F}_{17}$ を用いた。

*2：FOMBLIN HC-04 (モンテフロス社製)

(製 法)

80℃に加温して均一に溶解、分散した成分 A にホモミキサーで攪拌しながら 80℃に加温した成分 B を滴下して乳化し、成分 C を加えた。乳化物を熱交換機にて終温 30℃まで冷却し、サンスクリーン剤 (本発明品 3) を得た。

実施例 4 フェイスケアクリーム：

(成 分) (%)

成分 A	流動パラフィン	20.0
	アスコルビン酸誘導体	0.5

ルキルメタクリレートとの重量比 3/1、平均分子量 130,000 の共重合体。尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとして $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_8\text{F}_{17}$ を用いた。

*2：FOMBLIN HC-25 (モンテフロス社製)

(製 法)

80℃に加温して均一に溶解した成分 A にホモミキサーで攪拌しながら 80℃に加温した成分 B を滴下して乳化し、成分 C を加えた。乳化物をリップクリーム用の容器に流し込み室温に静置して終温 30℃まで冷却し、リップクリーム (本発明品 2) を得た。

実施例 3 サンスクリーン剤：

(成 分) (%)

成分 A	スクワラン	12.0
	紫外線吸収剤	2.0
	オクタメチルシクロ テトラシロキサン	14.0
	フッ素系高分子 (*1)	9.4
	微粒子酸化チタン	2.5

485

成分 B	オクタメチルシクロ テトラシロキサン	14.0
------	-----------------------	------

成分 C	フッ素系高分子 (*1)	10.0
------	--------------	------

成分 B	パーフルオロポリ エーテル (*2)	54.9
------	-----------------------	------

成分 C	香 料	適量
------	-----	----

*1：ステアリルメタクリレートとパーフルオロアルキルメタクリレートとの重量比 3/2 で平均分子量 90,000 の共重合体。尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとしては $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_8\text{F}_{17}$ を用いた。

*2：FOMBLIN HC-04 (モンテフロス社製)

(製 法)

80℃に加温して均一に溶解、分散した成分 A にホモミキサーで攪拌しながら 80℃に加温した成分 B を滴下して乳化し、成分 C を加えた。乳化物を熱交換機にて終温 30℃まで冷却し、フェイスケアクリーム (本発明品 4) を得た。

実施例 5 口紅：

(成 分) (%)

	セレシン	3.0
	オクタメチルシクロ テトラシロキサン	微量
	フッ素系高分子 (*1)	10.0
成分 B	パーフルオロポリ エーテル (*2)	38.0
成分 C	香 料	微量
成分 D	ジパーフルオロアルキル 磷酸処理雲母チタン	12.0
	有機顔料	1.0
	ジパーフルオロアルキル 磷酸処理酸化チタン	1.0

*1: ベヘニルメタクリレートとパーフルオロアルキルメタクリレートとの重量比 3 / 1 で平均分子量 130,000 の共重合体。尚、パーフルオロアルキルメタクリレートとしては、 $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{C}_8\text{F}_{17}$ を用いた。

*2: POMBLIN HC-25 (モンテフロス社製)

(製 法)

流動パラフィン 1 %、セレシン 1 %、有機顔料 1 % をロールミルで練り顔料ペーストを作った。

りの成分 D と顔料ペーストを加えて均一に加熱混合する。更に、これら混合物をホモミキサーで拌しながら 80℃ に加温した成分 B を滴下して乳し、成分 C を加えた。乳化物を口紅用の容器にし込み終温 30℃ まで氷浴にて冷却し、口紅 (本明品 5) を得た。

実施例 2 ~ 5 で製造した本発明品は、いずれ高い乳化安定性を示し、使用時の肌へのびがよなおかつ化粧持続性に優れた化粧料であった。

以

出願人 花 王 株 式 会 社

代理人 弁理士 有 賀 三 幸

弁理士 高 野 登志雄

弁理士 中 嶋 俊 夫